

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B1)

(11)特許番号

特許第7606721号  
(P7606721)

(45)発行日 令和7年1月9日(2025.1.9)

(24)登録日 令和6年12月18日(2024.12.18)

(51)Int. Cl. F I  
 G O I R 33/10 (2006.01) G O I R 33/10  
 G O I R 33/02 (2006.01) G O I R 33/02 K

請求項の数 2 (全 12 頁)

(21)出願番号	特願2024-171491(P2024-171491)	(73)特許権者	713000630
(22)出願日	令和6年9月30日(2024.9.30)		マグネデザイン株式会社
審査請求日	令和6年10月2日(2024.10.2)		愛知県知多郡美浜町大字豊丘字北平井2番地4
早期審査対象出願		(72)発明者	本蔵 義信
			愛知県知多郡東浦町大字緒川字東仙台33番地の10
		(72)発明者	本蔵 晋平
			愛知県知多郡東浦町大字緒川字東仙台33番地の10
		(72)発明者	疋島 充
			愛知県半田市有楽町3丁目158番地 C i t t a半田青山101号室
		審査官	永井 皓喜

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁性微粒子検出システムおよび磁性微粒子の検知測定方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

試料調整装置と測定用サンプルと微小磁界測定装置と磁界信号処理装置とからなる磁性微粒子検出システムにおいて、

前記試料調整装置は、非磁性の容器と、前記容器を固定する容器固定部と、前記容器の上部および底部に設置された試料調整部とを備えており、

前記容器は、円筒状またはすり鉢状の容器であって、前記容器の先端部は直径2mm以下にて底部の厚さは0.1mm以下よりなり、

前記試料調整部は、前記容器の上部にパウダーを挿入するパウダー挿入装置およびワックスを挿入するワックス挿入装置と、

前記容器の下部に前記パウダーに含まれる磁性微粒子に磁界を印加する磁界発生装置と磁界中の前記磁性微粒子を前記容器の底部に集積させるための振動発生装置とからなり、

前記測定用サンプルは、前記試料調整装置により調整されたサンプルにて前記容器の底部に集積され、前記微小磁界測定装置の測定対象物である磁性微粒子からなり、

前記微小磁界測定装置は、前記測定用サンプルの入っているパウダー容器と、前記パウダー容器を固定するパウダー容器固定部と、前記パウダー容器の下方に設置されたセンサ素子と、前記センサ素子と前記パウダー容器との位置調整を行なう位置調整部とを備えており、

前記センサ素子は、検出力1nT以下を有するnTメータよりなり、前記nTメータはnTメータ設置台に固定されており、

前記センサ素子の感磁体の大きさは、直径15 $\mu$ m以下、長さ2mm以下にて、しかも感磁体の先端は前記nTメータの先端部に配置されており、

前記位置調整部は、前記nTメータ設置台に固定されている前記nTメータの前記センサ素子と前記パウダー容器の底面との平行度を調整する平行度（傾き）調整機構と、前記センサ素子の位置をXY軸（センター）およびZ軸（距離）を調整する位置調整機構からなり、

前記磁界信号処理装置は、前記微小磁界測定装置により測定された磁気信号から磁性微粒子の大きさまたはノおよび含有量を計算するセンサ信号処理からなる、

ことを特徴とする磁性微粒子検知システム。

#### 【請求項2】

10

パウダーに混入している磁性微粒子の検知測定方法において、

（1）第1ステップは、測定用サンプルの準備する工程からなり、

工程a）試料調整装置に容器をセットし、

工程b）パウダーの母材から20mg以下のサンプルを採取して前記容器に挿入し、

工程c）前記サンプルに磁界を印可するとともに超音波振動させて、前記磁性微粒子を前記容器の底部に集積し、

工程d）液状ワックスを前記容器に注入・固化して調整し、

工程e）調整した測定用サンプルの入っているパウダー容器を前記試料調整装置から取り出し、

（2）第2ステップは、前記測定用サンプルの微小磁界を検知・測定する工程からなり、

20

工程f）前記パウダー容器を磁界測定のためのパウダー容器固定部の固定具に固定し、

工程g）平行度（傾き）調整機構により、前記パウダー容器の底面とnTメータの先端部のセンサ素子との平行を出し、

工程h）位置調整機構により、前記センサ素子のXY軸（センター）は前記パウダー容器の中央に一致させ、

工程i）前記センサ素子のZ軸（距離）は、前記パウダー容器底面との距離を調整し、

工程j）前記nTメータにより、前記磁性微粒子の微小磁界を測定して測定信号を求め、

工程k）事前に作成した検量線を使って、前記パウダーに混入している前記磁性微粒子の大きさまたはノおよび含有量を検知・測定する、

ことを特徴とする検知測定方法。

30

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【技術分野】

#### 【0001】

近年 食料品、電池素材において、磁性微粒子の混入・汚染が問題になっている。

これらの製品は、原料からパウダー製品に仕上げられ、その後所定の形状に加工される。

パウダー製品は、ステンレス機材を使ったパイプ装置を使って製造されるが、パイプ搬送の折に異物としてステンレス磁性微粒子が混入することになる。とくにLi電池の正極材に混入した磁性微粒子は、微小でも電池使用中の発火原因となるので、汚染度1ppmオーダー程度の厳密な管理が要求されている。磁性微粒子の大きさは5 $\mu$ m～100 $\mu$ mと極めて小さく、現在磁性微粒子の検出方法の開発が進められている。

40

#### 【0002】

特許文献1は、永久磁石で静磁場を形成して、被測定物である微小磁性金属異物によって乱された磁場を複数の検出コイルで検出し、その信号をSQUID磁気センサで検査する装置により、直径0.2mmの金属球を用いて測定できたことを開示している。大きなセンサ素子を有するSQUID磁気センサでは、0.2mm以下の金属異物の検出は困難といえる。

#### 【0003】

特許文献2は、電極シートに存在する磁性異物を検査する方法で、電極シートに給電することにより特異な電流分布から発生する磁界を測定する方法を開示し、数十 $\mu$ m程度の金属異物の特定を開示しているが、本発明が対象としている粉末状態への異物を検出でき

50

る発明ではない。また5  $\mu\text{m}$ 以下の磁性部粒子の検出はできない。

特許文献3は、シート状の被検査物に混入した金属異物を着磁させて検出する方法で、複数の永久磁石上を搬送させることにより金属異物を着磁させ、磁気センサで磁界を測定する方法を開示し、磁石と被測定物との間隔が10 mm以下にて、直径100  $\mu\text{m}$ の金属異物の検出を開示しているが、本発明が対象としている粉末状態への異物を検知できる発明ではない。

#### 【0004】

非特許文献1において、直径30  $\mu\text{m}$ 、長さ10 mmの素子を使って、50  $\mu\text{m}$ の磁性粒子を検出に成功したことが報告されている。

非特許文献2においては、サイズは8 mm  $\times$  8 mm、厚み5 mmのセンサを使って40  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子を検出に成功したことが報告されている。本センサは磁気回路の工夫と4素子をブリッジ回路に組み上げたセンサで、磁気の感磁体を大きくして検出力を高めたものであるが、感磁体の面積が大きく30  $\mu\text{m}$ 以下の微粒子検出は困難である。

10

#### 【0005】

直径5  $\mu\text{m}$ の微粒子1個の重量は0.5 ng程度で、それによる汚染度は、1 mgのサンプルを想定すると、0.5 ppmである。汚染度検出装置においては、まず磁気センサで、直径5  $\mu\text{m}$ の微粒子が検出できること、次に製品から1 mgを取り出して、その中に存在している直径5  $\mu\text{m}$ の微粒子1個による汚染度0.5 ppmが検出できることが必要である。現在の開発は、本目標からするとほど遠いというのが現状である。

20

#### 【先行技術文献】

##### 【特許文献】

#### 【0006】

【特許文献1】特開2014-48170号公報

【特許文献2】特開2019-75290号公報

【特許文献3】特開2022-108554号公報

#### 【0007】

【非特許文献1】愛知製鋼株式会社のHP News Release 2024年9月9日

【非特許文献2】TDK株式会社のHP Sensor Solution

#### 【発明の概要】

##### 【発明が解決しようとする課題】

30

#### 【0008】

第1の課題は、汚染度1 ppmオーダの検出システムを開発するためには、まず理想的条件において少なくとも直径5  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子の磁界が磁性微粒子とセンサ素子を可能な限り接近した状態で測定した時に検出できることが必要である。この理想条件においては、0.5  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子の検出が好ましい。現在市販されている各種nTセンサ(nTメータ)、つまりFGセンサ、MIセンサ、GSRセンサおよびtMRセンサを利用したnTセンサを使ってまずそれらを比較評価した。

#### 【0009】

その結果、FGセンサタイプは、素子(磁性ワイヤ)の直径は3 mmにて長さは30 mmと大きく、100  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子も検出できなかった。次に、MIセンサタイプは、素子の直径は30  $\mu\text{m}$ にて長さは10 mmと比較的小さいので、直径30  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子に対応できそうであったが、長さが10 mmと大きいために直径50  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子の検出が限界であった。そして、GSRセンサタイプは、素子の直径は10 mmにて長さ2 mmと小さく、直径10  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子の検出が可能であった。

40

なお、tMRセンサタイプは、検知部が平面で広くその集磁効果を利用しているため、センサ素子本体と磁性微粒子との距離を極限的に設計させることができず、直径40  $\mu\text{m}$ の磁性微粒子検出が限界であった。本発明者らは最も優れていた市販品GSRセンサタイプのnTメータをベースに本目的のために改良をすることにした。

#### 【0010】

第2の課題は、Li電池の正極パウダー製品材に混入した微小磁性異物を10 ppm以

50

下の汚染度のサンプルを判別検知する検知装置を開発することである。汚染されたパウダー製品からサンプルを採取し、その所定量を容器に入れて、磁性微粒子を磁化させて、そこから発せられる磁界を改良したnTセンサでもって測定し、その値から汚染度を判定するシステムを発明することである。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明者らは、GSRセンサタイプのnTメータを試作して、 $1\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ の磁性微粒子から発せられる磁界を測定した。その結果、図1に示すように、素子を小さくすればするほど、直径の小さな微粒子を検出することを発見した。ここで、図1におけるGSR-5は、GSRセンサの素子の直径（磁性ワイヤよりなる感磁体）が $5\mu\text{m}$ の例であり、GSR-10は、GSRセンサの素子の直径が $10\mu\text{m}$ の例である。比較例としてMIセンサは、素子の直径は $30\mu\text{m}$ である。

10

特に素子の直径は磁性微粒子の直径に近いことが好ましい。検出体である磁性ワイヤは、アスペクト比を200以上確保しておく必要があり、直径を大きくすると長さが長くなり、磁性ワイヤの体積は大きくなる。

【0012】

図2には、直径 $10\mu\text{m}$ の磁性微粒子から発する磁界を測定した結果を示す。

素子の体積が大きくなると、検出磁界が $26\mu\text{m}$ から $2\mu\text{m}$ へと大きく減少する。使用したnTメータは、一様磁界の測定においては同様な検出力を有するが、磁性微粒子が発する微小空間磁界を測定した場合、磁性ワイヤの大きさが重要であることがはじめて明らかになった。本発明では、nTメータの性能については、検出力 $1\text{nT}$ 以下のセンサ素子の感磁体の大きさは、直径が $15\mu\text{m}$ 以下、長さが $2\text{mm}$ 以下とした。

20

【0013】

次に、GSRセンサの素子の先端と磁性微粒子との間の距離の影響を調査した。

図3に示すように、距離を $0.9\text{mm}$ から $0.1\text{mm}$ と小さくすると、磁性微粒子の測定限界の直径が $10\mu\text{m}$ から $0.5\mu\text{m}$ へと向上することが判明した。

そこで本発明では、図7に示すように、磁性ワイヤ（センサ素子）の先端をnTメータの先端部に配置してnTメータの先端がセンサ素子の先端であるように工夫した。つまりGSR素子の端部がワイヤ端部となるようにした。次に電子回路基板の基板設計を工夫して、基板の先端部にセンサ素子が設置されるデザインとした。

30

【0014】

磁性微粒子よりなる異物により汚染されたパウダー母材から所定量採集して、専用の容器に挿入する。磁性微粒子とセンサ先端との距離をできるだけ接近させるために、容器の底部の厚みを $0.1\text{mm}$ 以下とした。

さらに、磁性微粒子を磁化させて、超音波振動を加えて、容器の底に集積させてから、ワックスで固定し、磁性微粒子が容器の底部に固着した測定用の測定用サンプルを作製した（図5、図6）。

【0015】

測定用のパウダー異物サンプルをパウダー容器固定台に固定し、その下方にnTメータ設置台を配置し、そこにnTメータを取り付けてから、GSR素子の先端部が容器の中底面が直交するように、nTメータ設置台を傾斜させ、さらに素子の先端が、容器の中央部に来るようXY軸を調整し、さらにZ軸を調整して素子の先端が容器底部に接触するようにして、素子先端と磁性粒子の距離を $0.1\text{mm}$ 以下とする。以上の機能を有する微小磁界測定装置（図7）を製作した。

40

【0016】

以上の状態で、汚染濃度 $0.5\text{ppm}$ から $100\text{ppm}$ のサンプルからパウダー $1\text{mg}$ を取り出し、上記方法でパウダー異物サンプルを作製し、磁界測定を行った結果、図4に示すように、距離を $0.1\text{mm}$ と小さくすると、汚染度 $0.5\text{ppm}$ を検出できることが分かった。直径 $10\mu\text{m}$ の磁性微粒子1個の重量 $4\text{ng}$ であるから、 $4\text{ppm}$ に相当する。直径 $5\mu\text{m}$ の磁性微粒子は $0.5\text{ng}$ で、 $0.5\text{ppm}$ に相当する。本装置は、磁性微粒

50

子の直径は0.5 μmまで可能であり、汚染度0.5 ppmの判定は十分可能であることが明らかである。

#### 【0017】

本発明は、GSR素子の直径を15 μm以下、長さを2 mmとして、磁性ワイヤの端部をセンサの端部にして、容器の底部の厚みを0.1 mm以下として、磁性微粒子とセンサ素子端部の距離を極力小さくすることによって、実現したものである。同時に、容器の底部に磁性粒子が集積する工夫とセンサ素子の先端が容器の底部に接触しかつ中央部に来よう精密位置決め装置を組み合わせることによって実現したシステムである。

#### 【発明の効果】

#### 【0018】

本発明により、パウダー製造中に混入する磁性微粒子による汚染度0.5 ppmから100 ppm程度のパウダー製品を検査することが可能となり、混入工程の特定と対策および製品の品質保証が可能になる。特にLi電池においては、磁性微粒の混入が発火原因となっており、その品質を保証する上で、本製品は重要な役割を果たすものである。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0019】

【図1】磁界に及ぼす磁性微粒子の大きさの影響を示す図である。

【図2】磁界に及ぼす素子の体積の影響を示す図である。

【図3】磁界に及ぼす磁性微粒子の大きさと、磁性微粒子とセンサ素子との距離の影響を示す図である。

【図4】磁界に及ぼす磁性微粒子の濃度と、磁性微粒子とセンサ素子との距離の影響を示す図である。

【図5】試料調整装置を示す図である。

【図6】容器の底部に集積した磁性微粒子からなる測定用サンプルを示す図である

【図7】微小磁界測定装置を示す図である。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0020】

本発明の第1実施形態の磁性微粒子検知システムは次のとおりである。

試料調整装置と測定用サンプルと微小磁界測定装置と磁界信号処理装置とからなる磁性微粒子検知システムにおいて、

前記試料調整装置は、非磁性の容器と、前記容器を固定する容器固定部と、前記容器の上部および底部に設置された試料調整部とを備えており、

前記容器は、円筒状またはすり鉢状の容器であって、前記容器の先端部は直径2 mm以下にて底部の厚さは0.1 mm以下よりなり、

前記試料調整部は、前記容器の上部にパウダーを挿入するパウダー挿入装置およびワックスを挿入するワックス挿入装置と、

前記容器の下部に前記パウダーに含まれる磁性微粒子に磁界を印加する磁界発生装置と磁界中の前記磁性微粒子を前記容器の底部に集積させるための振動発生装置とからなり、前記測定用サンプルは、前記試料調整装置により調整されたサンプルにて前記容器の底部に集積され、前記微小磁界測定装置の測定対象物である磁性微粒子からなり、

前記微小磁界測定装置は、前記測定用サンプルの入っているパウダー容器と、前記パウダー容器を固定するパウダー容器固定部と、前記パウダー容器の下方に設置されたセンサ素子と、前記センサ素子と前記パウダー容器との位置調整を行なう位置調整部とを備えており、

前記センサ素子は、検出力1 nT以下を有するnTメータよりなり、前記nTメータはnTメータ設置台に固定されており、

前記センサ素子の感磁体の大きさは、直径15 μm以下、長さ2 mm以下にて、しかも感磁体の先端は前記nTメータの先端部に配置されており、

前記位置調整部は、前記nTメータ設置台に固定されている前記nTメータの前記センサ素子と前記パウダー容器の底面との平行度を調整する平行度（傾き）調整機構と、前記

10

20

30

40

50

センサ素子の位置をX Y軸（センター）およびZ軸（距離）を調整する位置調整機構からなり、

前記磁界信号処理装置は、前記微小磁界測定装置により測定された磁気信号から磁性微粒子の大きさまたはノおよび含有量を計算するセンサ信号処理からなる、ことを特徴とする。

#### 【0021】

また、第1実施形態の装置において、各装置は非磁性素材からなることを特徴とする。

#### 【0022】

本発明により、パウダーに混入している磁性微粒子の汚染濃度0.5ppmから1ppmが検出できる。

10

#### 【0023】

第2の実施形態の検知測定方法は、次のとおりである。

パウダーに混入している磁性微粒子の検知測定方法において、

(1)第1ステップは、測定用サンプルの準備する工程からなり、

工程a)試料調整装置に容器をセットし、

工程b)パウダーの母材から20mg以下のサンプルを採取して前記容器に挿入し、

工程c)前記サンプルに磁界を印可するとともに超音波振動させて、前記磁性微粒子を前記容器の底部に集積し、

工程d)液状ワックスを前記容器に注入・固化して調整し、

工程e)調整した測定用サンプルの入っているパウダー容器を前記試料調整装置から取り出し、

20

(2)第2ステップは、前記測定用サンプルの微小磁界を検知・測定する工程からなり、

工程f)前記パウダー容器を磁界測定のためのパウダー容器固定部の固定具に固定し、

工程g)平行度(傾き)調整機構により、前記パウダー容器の底面とnTメータの先端部のセンサ素子との平行を出し、

工程h)位置調整機構により、前記センサ素子のX Y軸(センター)は前記パウダー容器の中央に一致させ、

工程i)前記センサ素子のZ軸(距離)は、前記パウダー容器底面との距離を調整し、

工程j)前記nTメータにより、前記磁性微粒子の微小磁界を測定して測定信号を求め、

工程k)事前に作成した検量線を使って、前記パウダーに混入している前記磁性微粒子の大きさまたはノおよび含有量を検知・測定する、

30

ことを特徴とする。

また、上述の工程a)と工程b)との順序は、逆でもよい。すなわち、容器をセットした後パウダーのサンプルを容器に挿入する。

#### 【0024】

本発明により、簡易な工程にて精度の高い磁性微粒子の大きさを検知し、またはその含有量を測定し、さらに大きさおよび含有量を検知・測定することができる。

#### 【0025】

次に、実施形態について図3～図7を用いて説明する。

パウダーに異物として混入している磁性微粒子の検出システムは、パウダー中の磁性微粒子の磁界を測定するためには、先ずパウダー中の磁性微粒子を容器の所定位置に集積・固定された測定用サンプルを作製する。次にこの測定用サンプルの微小磁界を測定し、その磁気信号を予め作成した検量線を用いて信号処理を行い、磁性微粒子の大きさや、含有量からなるパウダーの汚染濃度を得るシステムである。

40

以下、詳細に説明する。

#### 【0026】

<試料調整装置1>

試料調整装置1は、図5に示すように、非磁性の容器11と容器固定部110と試料調整部(12、13、14、15)からなる。

この装置により、パウダー中の磁性微粒子を微小磁界測定装置で測定可能な状態とする

50

測定用サンプルを作製することができる。

【 0 0 2 7 】

容器 1 1 は、その材質として、例えば S U S 3 0 4 の非磁性ステンレス鋼をはじめとする非磁性金属である。また、プラスチックやビニール系の非磁性樹脂であればよい。

その形状は、円筒状、すり鉢状、そして円筒すり鉢状（例として、図 6 の容器）角錐すり鉢状からなり、その容器の先端部（底面）が直径 2 m m 以下にて、底部の厚さは 0 . 1 m m 以下である。

直径の小さなセンサ素子に対して磁性微粒子が集積するためには容器先端部の直径が 2 m m もあれば十分である。また、底部の厚さは、センサ素子の先端部から磁性微粒子までの距離が大きくなると検出力が低下することから、0 . 1 m m 以下とする。

10

容器固定部 1 1 0 は、容器 1 1 にパウダー等を挿入して測定用サンプルを調整している間に容器 1 1 が移動したり倒れたりしないように固定具で安定させる。

【 0 0 2 8 】

試料調整部は、容器 1 1 の上部には、パウダー（1 0、1 0 0）を容器に挿入するためのパウダー挿入装置 1 2 とワックスを挿入するためのワックス挿入装置 1 3 が設置されている。

容器 1 1 に挿入するパウダーは、パウダー母材から 2 0 m g 以下を採取して行なう。なお、磁性微粒子の大きさや含有量（濃度）を考慮して決めることができる。

容器 1 1 に挿入するワックスは、挿入する際には加熱して液状で流し込み、その後冷却により固化するものである。簡易的には、蝋などでよい。

20

【 0 0 2 9 】

容器 1 1 の下部には、磁界発生装置 1 4 と振動発生装置 1 5 が設置されている。

磁界発生装置 1 4 は、磁界 1 4 1 を発生してパウダー 1 0 に混入している異物の磁性微粒子 1 0 0 に磁界を印加させるための装置である。印可磁界の大きさは 0 . 1 T から 0 . 5 T である。

振動発生装置は、パウダー 1 0 に振動を与えてパウダー中の磁化した磁性微粒子 1 0 0 を容器 1 1 の底部に集積させるための装置である。振動は、超音波振動などがある。

磁界発生装置 1 4 および振動発生装置 1 5 と容器 1 1 との位置関係は、容器 1 1 の下部に限定されず、図 5 に示す位置でもよい。

30

【 0 0 3 0 】

< 測定用サンプル 2 0 0 >

試料調整装置 1 で調整された測定用サンプル 2 0 0 は、図 6 に示すように、パウダー容器 2 の容器 2 1 内にパウダー 2 0 から分離して容器 2 1 の底部に集積し、微小磁界測定装置の測定対象物である磁性微粒子の集積体である。

測定サンプル 2 0 0 であるこの磁性微粒子の集積体は、測定作業の準備や測定中に移動しないように、パウダー 2 0 とともにワックス 2 0 1 により固められている。

【 0 0 3 1 】

< 微小磁界測定装置 3 >

微小磁界測定装置 3 は、図 7 に示すように、測定用サンプル 3 0 0 の入っているパウダー容器 3 1 と、パウダー容器 3 1 を固定するパウダー容器固定部 3 1 0 と、センサ素子 3 2 と位置調整部 3 3 とからなる。

40

この装置により、測定用サンプルの磁性微粒子の 1 n T 以下の磁界の検出が可能となる。

【 0 0 3 2 】

パウダー容器 3 1 には、容器内にパウダーから分離し、集積した磁性微粒子の測定用サンプル 3 0 0 が容器の底部にワックスで固められている。その容器の底部の厚さは 0 . 1 μ m である。

パウダー容器 3 1 は、測定準備や測定中に移動しないようにパウダー容器固定部 3 1 0 に固定されている。

【 0 0 3 3 】

50

センサ素子32は、検出力1 nT以下を有するnTメータ321のセンサ素子である。nTメータ321は設置台3210に固定されている。

センサ素子32は、本発明では磁性ワイヤからなる感磁体を使用し、その大きさは直径15 μm以下、長さ2 mm以下である。この感磁体の先端(磁性ワイヤの端部)は、図7に示すようにnTメータ321の先端部に配置され、パウダー容器31の厚さ0.1 mm以下の底部の下面に接触している。これにより測定用サンプル300(磁性体微粒子)とセンサ素子との距離は0.1 mm以下が可能となり検出力が確保できる(図3、図4)。

#### 【0034】

位置調整部33は、パウダー容器31の下方に設置されたセンサ素子32とパウダー容器との位置調整を行なう部位にて、並行度(傾き)調整機構とセンター・距離の位置調整機構からなる。

10

調整方法は、まず、並行度(傾き)調整機構によりnTメータ設置台3210に固定されているnTメータ321のセンサ素子32の先端とパウダー容器31の底面との並行度を調整する。この調整により、測定用サンプル(磁性微粒子)300の入っているパウダー容器31の底面とセンサ素子32の先端とを隙間なく並行に接触させることができる。次に、センター・距離の位置調整機構によりセンサ素子32の先端の位置をXY軸のセンターに調整し、Z軸の距離、すなわち底面とセンサ素子32の先端との距離を調整する。

#### 【0035】

<磁界信号処理装置>

磁界信号処理装置(図は省略)は、微小磁界測定装置3のnTメータ321により測定用サンプル(磁性微粒子)300の微小磁界が測定された磁気信号から、事前に作成された検量線(図3、図4)を用いて磁性微粒子300の大きさ、含有量(濃度)を得ることができる。

20

#### 【実施例】

#### 【0036】

[実施例1]

パウダー母材から15 mgのサンプルを採取して、パウダー挿入装置12により、プラスチック製の円筒すり鉢状からなる厚さ0.5 mmの容器11に挿入する。容器11の直径は8 mm、すり鉢の先端までの長さは15 mmである。容器11の先端部の直径は1.5 mm、すり鉢容器の底部の厚さは0.07 mmである。

30

パウダーを挿入した容器11を試料調整装置にセットするとともに容器固定部110に固定する。

この容器11には、パウダー10に磁性微粒子100が異物として混入したサンプルが挿入されている。

#### 【0037】

サンプル(10および100よりなる。)に、容器11の下部に配置した磁界発生装置14により発生した0.2 Tの磁界141を印加するとともに振動発生装置15により超音波振動させる。これによりサンプル内のパウダーから磁化した磁性微粒子のみが容器の底部に集積する。

次いで、ワックス挿入装置13により、液状ワックスを注入し冷却・固化する。

40

こうして磁性微粒子を検知・測定が可能な測定用サンプル200の入っているパウダー容器2を作る。パウダー容器2は、容器21内には底部に測定用サンプル200(磁性微粒子の集積体)があり、その上部はパウダー20のみからなり、両者はワックス201で固められている。

#### 【0038】

次に、試料調整装置1により調整された測定用サンプル200を用いて微小磁界測定装置3により微小磁界を検知・測定し、その測定信号から磁性微粒子の大きさ、含有量を求める。

微小磁界測定装置3に備えられているnTメータの検出力は0.3 nTを有し、センサ素子の感磁体(磁性ワイヤ)の大きさは直径10 μm、長さ2 mmである。

50

## 【 0 0 3 9 】

微小磁界測定装置 3 のパウダー容器固定部 3 1 0 の固定具に、測定用サンプル 3 0 0 の入っているパウダー容器 3 1 を固定する。

位置調整部 3 3 の並行度（傾き）調整機構により、パウダー容器 3 1 の底面と n T メータの先端部のセンサ素子の先端面との並行を出す。次に位置調整機構により、センサ素子の X Y 軸（センター）はパウダー容器 3 1 の中央に一致させる。センサ素子の Z 軸（距離）はセンサ素子の先端とパウダー容器 3 1 の底面との距離がゼロになるように調整する。これにより、測定用サンプルの磁性微粒子とセンサ素子の先端部との距離は 0 . 0 7 m m となり、検出力が向上して確保される。

## 【 0 0 4 0 】

n T メータ 3 2 1 により、磁性微粒子 3 0 0 の微小磁界を測定して磁気信号を検出する。この磁気信号を磁界信号処理装置により、事前に作成した検量線（図 3、図 4）を使って磁性微粒子の大きさ、含有量（濃度）を検知、測定する。

10

## 【 0 0 4 1 】

本実施例において、磁性微粒子による汚染濃度 0 . 5 p p m が測定できた。

## 【 産業上の利用可能性 】

## 【 0 0 4 2 】

L i 電池などの正極材量パウダーに混入する磁性微粒子の除去は緊急課題となっている。本装置によって汚染度を測定し、品質保証することができる本発明は産業に応用展開することが期待されている。かつ発生工程を特定し対策することが可能となり産業上の重要性は明らかである。

20

## 【 符号の説明 】

## 【 0 0 4 3 】

- 1 : 試料調整装置
  - 1 0 : パウダー
    - 1 0 0 : 磁性微粒子
    - 1 1 : 容器
      - 1 1 0 : 容器固定台
      - 1 2 : パウダー挿入装置
      - 1 3 : ワックス（液状）挿入装置
      - 1 4 : 磁界発生装置
        - 1 4 1 : 磁界
        - 1 5 振動発生装置
- 2 : パウダー容器
  - 2 0 : パウダー
    - 2 0 0 : 測定用サンプル（磁性微粒子）
    - 2 0 1 : ワックス
  - 2 1 : 容器
- 3 : 微小磁界測定装置
  - 3 0 0 : 測定用サンプル（磁性微粒子）
  - 3 1 : パウダー容器
    - 3 1 0 : パウダー容器固定台
  - 3 2 : センサ素子
    - 3 2 1 : n T メータ
      - 3 2 1 0 : n T メータ設置台
  - 3 3 : 位置調整部

30

40

50

10

20

30

【要約】 (修正有)

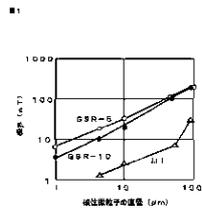
【課題】パウダー製品に混入している磁性微粒子の大きさ、濃度を検出する。

【解決手段】本発明は、センサ素子32の先端直径を磁性微粒子のサイズ $5\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ 並みの $15\mu\text{m}$ 以下とし、しかもその先端位置をnTメータ321の先端に固定し、磁性微粒子300とセンサ先端との距離を $0.1\text{mm}$ 程度とすることで、汚染濃度 $0.5\text{ppm}$ の汚染度を検出することができるシステムである。

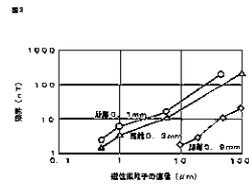
40

【選択図】図7

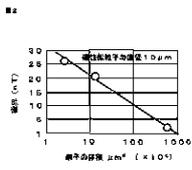
【図1】



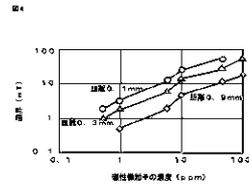
【図3】



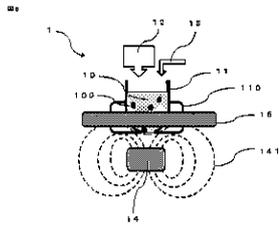
【図2】



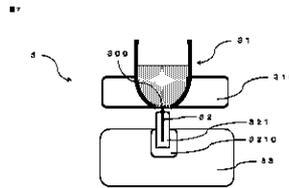
【図4】



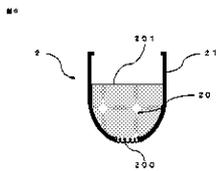
【図5】



【図7】



【図6】



## フロントページの続き

- (56)参考文献 特開 2 0 0 6 - 2 9 4 6 6 4 ( J P , A )  
特開 2 0 0 8 - 1 5 7 7 8 6 ( J P , A )  
特開 2 0 1 1 - 8 9 8 9 4 ( J P , A )  
特開 2 0 2 0 - 1 5 9 8 7 1 ( J P , A )  
韓国公開特許第 1 0 - 2 0 2 4 - 0 0 1 3 1 2 9 ( K R , A )  
米国特許出願公開第 2 0 1 2 / 0 0 3 4 6 8 4 ( U S , A 1 )  
都筑 裕汰郎, 小型高感度磁気センサ n T メータの開発, 第48回 日本磁気学会学術講演会(2024/9/24-27), 24pB-4, 日本, 2024年09月10日, P.1-14, <https://magnedesign.jp/wordpress/wp-content/uploads/2024/09/%EF%BC%91%EF%BC%89240924-MSJ-%E5%B0%8F%E5%9E%8B%E9%AB%98%E6%84%9F%E5%BA%A6%E7%A3%81%E6%B0%97%E3%82%BB%E3%83%B3%E3%82%B5nT%E3%83%A1%E3%83%BC%E3%82%BF%E3%81%AE%E9%96%8B%E7%99%BA.pdf>  
疋島 充 ほか, 磁気センサ nT meter による微小磁性粒子の検知, 第48回 日本磁気学会学術講演会(2024/9/24-27), 24pB-5, 日本, 2024年09月10日, p.1-10, <https://magnedesign.jp/wordpress/wp-content/uploads/2024/09/%EF%BC%92%EF%BC%89240924-MSJ-%E7%A3%81%E6%B0%97%E3%82%BB%E3%83%B3%E3%82%B5nTmeter%E3%81%AB%E3%82%88%E3%82%8B%E5%BE%AE%E5%B0%8F%E7%A3%81%E6%80%A7%E7%B2%92%E5%AD%90%E3%81%AE%E6%A4%9C%E5%87%BA>

## (58)調査した分野(Int.Cl., D B 名)

G 0 1 R	3 3 / 0 2
G 0 1 N	2 7 / 7 2
G 0 1 N	3 3 / 4 8 3
G 0 1 V	3 / 0 8